



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑩ DE 42 35 838 A 1

⑤1 Int. Cl.⁵:
C 04 B 35/58
F 16 C 33/62
F 16 C 33/56
B 28 B 3/00.

②1 Aktenzeichen: P 42 35 838.8
②2 Anmeldetag: 23. 10. 92
④3 Offenlegungstag: 29. 4. 93

DE 42 35 838 A 1

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
25.10.91 JP P 3-280087

⑦1 Anmelder:
NGK Insulators, Ltd., Nagoya, Aichi, JP; NSK Ltd.,
Tokio/Tokyo, JP

⑦4 Vertreter:
Grünecker, A., Dipl.-Ing.; Kinkeldey, H., Dipl.-Ing.
Dr.-Ing.; Stockmair, W., Dipl.-Ing. Dr.-Ing. Ae.E. Cal
Tech; Schumann, K., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.; Jakob,
P., Dipl.-Ing.; Bezold, G., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.;
Meister, W., Dipl.-Ing.; Hilgers, H., Dipl.-Ing.;
Meyer-Plath, H., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.; Ehnold, A.,
Dipl.-Ing.; Schuster, T., Dipl.-Phys.; Goldbach, K.,
Dipl.-Ing. Dr.-Ing.; Aufenanger, M., Dipl.-Ing.;
Klitzsch, G., Dipl.-Ing., Pat.-Anwälte, 8000 München

⑦2 Erfinder:
Matsuhisa, Tadaaki, Kasugai, Aichi, JP; Kato,
Kiminari; Matsuda, Hiroto, Nagoya, Aichi, JP;
Niizeki, Shin, Fujisawa, Kanagawa, JP; Abe,
Tsutomu, Chigasaki, Kanagawa, JP

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Wälzlager

⑤7 In dem Wälzlager, das einen inneren, einen äußeren
Lauftring und Rollenelemente umfaßt, ist mindestens einer
dieser Bestandteile aus einem gesinterten Siliciumnitrid-Ma-
terial hergestellt, das als Sinteradditiv 0,5 bis 4,0 Gew.-%
MgO, 0,3 bis 3,0 Gew.-% ZrO₂ und 1,5 bis 5,0 Gew.-%, in
Kombination mit MgO und ZrO₂, mindestens eines Mitglieds,
ausgewählt aus SrO, Al₂O₃ und Oxiden von Seltenerdmetall-
en, enthält. Dieses gesinterte Siliciumnitrid-Material hat
eine besonders hohe Korrosionsbeständigkeit.

DE 42 35 838 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Wälzlager, das zur Unterstützung von Rotationsteilen in einer korrosiven Umgebung, wie sie in einem Ofen für Schmelzverfahren, einem Metallschmelzen-Plattierungsbad und einem Elektroplattierungsbad während des Gießens von Legierungen angetroffen wird, verwendet werden kann, oder das auf der Antriebswelle einer Werkzeugmaschine oder in anderen schnell-rotierenden Maschinen, wie in einer Turbomolekularpumpe, verwendet werden kann.

Gesinterte Siliciumnitrid-Materialien besitzen im allgemeinen überragende Eigenschaften bezüglich ihrer mechanischen Festigkeit, Wärmebeständigkeit und Korrosionsbeständigkeit und sie werden daher als geeignete Keramiken für die Verwendung in Maschinenteilen angesehen. Da effektive Sinterverfahren entwickelt und geeignete Sinteradditive gefunden wurden, ist es nun möglich, die Bildung von Poren in den gesinterten Siliciumnitrid-Materialien zu verhindern, und sie sind jetzt auch als Materialien für Wälzlager verfügbar.

Beispielsweise offenbart die japanische, ungeprüfte Patentveröffentlichung Nr. Hei. 1-2 20 719 ein Wälzlager, bei dem mindestens die Rollenelemente aus einem keramischen Material hergestellt sind, das ein gesintertes Siliciumnitrid-Grundmaterial ist, welches als Sinteradditiv ein Oxid eines Seltenerdmetalls und ein Aluminiumoxid enthält. Dieses Wälzlager hat eine so hohe Beständigkeit gegen Wärme und Korrosion, daß es die Verwendung bei erhöhten Temperaturen und in einer korrosiven Umgebung aushält. Wenn es als Antriebswelle einer Werkzeugmaschine verwendet wird, kann nicht nur eine gleichmäßige Rotation erzielt werden, sondern es wird auch die Lebensdauer des Lagers verlängert, mit dem zusätzlichen Vorteil, daß seine Widerstandsfähigkeit gegen Brennen und Abnutzung um ein Vielfaches verbessert werden kann.

Die japanische, ungeprüfte Patentveröffentlichung Nr. Hei 1-2 42 467 offenbart ein Verfahren, das die folgenden Schritte umfaßt: Herstellen eines Rohmaterials, das 0,1 bis 3,0 Gew.-% MgO, 0,1 bis 3,0 Gew.-% SrO und 0,3 bis 5,0 Gew.-% CeO₂ als Sinteradditive für Siliciumnitrid in einer Gesamtmenge von 1,5 bis 7,5 Gew.-% enthält, wobei der Rest Siliciumnitrid ist; Gießen des Rohmaterials; Auftragen einer Glasschicht auf das geformte Teil und Sintern durch heißes, isostatisches Pressen (im folgenden als "HIP" abgekürzt). Das Produkt dieses Verfahrens ist ein gesintertes Siliciumnitrid-Material mit einer hohen Dichte, das vorteilhaft als Material für Gleitelemente, wie ein Lager, verwendet werden kann.

Weiterhin offenbart die japanische, ungeprüfte Patentveröffentlichung Nr. Sho. 62-2 15 061 als Sinteradditivmischung ein Y₂O₃-MgO-ZrO₂-System, die japanische, ungeprüfte Patentveröffentlichung Nr. Sho. 62-65 976 als Sinteradditivmischung ein SrO-MgO-CeO₂-ZrO₂-Al₂O₃-System und die japanische Patentveröffentlichung Nr. Sho. 61-40 621 als Sinteradditivmischung ein SrO-MgO-CeO₂-ZrO₂-System.

Wenn das in der japanischen, ungeprüften Patentveröffentlichung Nr. Hei 1-2 20 719 offenbarte Wälzlager verwendet wird, um Rotationsteile in einem geschmolzenen Metall zu unterstützen, wird die Lebensdauer des Lagers so verbessert, daß sie länger wird als die des Rotationsteils, mit dem es verwendet wird. Das geschmolzene Metall wird jedoch an dem Lager anhaften, so daß nach einer bestimmten Zeit das Rotationsteil angehalten und zusammen mit dem Lager ausgebaut werden muß, damit das Lager mit einer Säure gereinigt werden kann, um die Metallabscheidung zu entfernen. Es stellte sich jedoch heraus, daß das Reinigen mit Säure das Lager angreift und seine Lebensdauer entscheidend verkürzt. Dies verhindert schließlich die wiederholte Verwendung des Lagers und es muß stattdessen immer dann ausgetauscht werden, wenn das Rotationsteil ausgetauscht wird, wodurch die Vorteile einer verlängerten Lebensdauer verloren gehen.

Somit ist das in der japanischen, ungeprüften Patentveröffentlichung Nr. Hei 1-2 20 719 beschriebene keramische Material, das aus einem gesinterten Siliciumnitrid-Material mit einem Oxid eines Seltenerdmetalls und einem Aluminiumoxid als Sinteradditiv zusammengesetzt ist, benetzbar, wodurch ein geschmolzenes Metall anhaftet, und gleichzeitig ist seine Korrosionsbeständigkeit nicht groß genug, weil es durch die Reinigung mit Säure zur Entfernung des abgeschiedenen geschmolzenen Metalls korrodiert wird.

Weiterhin ist die Lebensdauer des Wälzlagers aus einem gesinterten Siliciumnitrid-Material mit dem in der ungeprüften, japanischen Patentveröffentlichung Nr. Hei 2-2 42 467 beschriebenen SrO-MgO-CeO₂-System als Sinteradditivmischung, mit dem in der ungeprüften, japanischen Patentveröffentlichung Nr. Sho. 62-2 75 067 beschriebenen Y₂O₃-MgO-ZrO₂-System als Sinteradditivmischung, mit dem in der ungeprüften, japanischen Patentveröffentlichung Nr. Sho. 62-65 976 beschriebenen SrO-MgO-CeO₂-ZrO₂-Al₂O₃-System als Sinteradditivmischung oder mit dem in der japanischen Patentveröffentlichung Nr. Sho. 61-40 621 beschriebenen SrO-MgO-CeO₂-ZrO₂-System als Sinteradditivmischung gelegentlich durch die Reinigung mit Säure verkürzt.

Wälzlager, die unter den extremen Bedingungen hoher Beanspruchung und hoher Rotation verwendet werden, sind somit sehr anfällig für Korrosion und auch wenn diese nur geringfügig auftritt, ist die Lebensdauer der Lager verkürzt, was möglicherweise in extremen Fällen zu deren Zerstörung führt.

Zusammenfassung der Erfindung

Vor diesem Hintergrund wurde die vorliegende Erfindung vollendet und ihr liegt die Aufgabe zugrunde, ein Wälzlager mit hoher Zuverlässigkeit und langer Roll-Lebensdauer zur Verfügung zu stellen, das aus einem keramischen Material hergestellt ist und das ausreichend korrosionsbeständig ist, um das Auftreten selbst der geringsten Korrosion zu verhindern.

Die oben genannte Aufgabe der vorliegenden Erfindung kann mit einem Wälzlager gelöst werden, das einen inneren Laufring, einen äußeren Laufring und Rollenelemente umfaßt, das dadurch gekennzeichnet ist, daß mindestens eines von dem inneren Laufring, dem äußeren Laufring und den Rollenelementen aus einem keramischen Material hergestellt ist, wobei das keramische Material ein gesintertes Siliciumnitrid-Material ist, das 0,5 bis 4,0 Gew.-% Mg, ausgedrückt als MgO, 0,3 bis 3,0 Gew.-% Zr, ausgedrückt als ZrO₂, und 1,5 bis 5,0 Gew.-%, in Kombination mit MgO und ZrO₂, mindestens eines Elements, ausgewählt aus Sr, Al und Seltenerdmetallen,

ausgedrückt als SrO , Al_2O_3 und ein Oxid des Seltenerdmetalls, enthält und der Rest Siliciumnitrid ist.

Bei der vorliegenden Erfindung liegt zusammen mit Mg mindestens ein Element aus der Gruppe Sr, Al, Zr und Seltenerdmetallen vor und die Arten und Mengen der auszuwählenden Elemente werden so bestimmt, daß sie in dem oben angegebenen Bereich der Summe mit MgO , ausgedrückt als Oxide, in Übereinstimmung mit der Menge von SiO_2 , die in dem zu verwendenden Siliciumnitrid-Rohmaterial vorliegt, liegen und mit Hinblick auf die für die spezifische Verwendung des Wälzlagers erforderlichen Eigenschaften. Das gesinterte Siliciumnitrid-Material kann mit einem geeigneten Verfahren zum Sintern unter Druck, wie Heipressen oder HIP, hergestellt werden.

Kurze Beschreibung der Zeichnungen

Die Abb. 1(a) und 1(b) zeigen schematisch eine Testvorrichtung, die zur Bestimmung der Lebensdauer der Wälzlager verwendet wird, und die als Rollenelemente solche Kugeln verwendet, die nach den erfindungsgemäen Beispielen und korrespondierenden Vergleichsbeispielen hergestellten gesinterten Siliciumnitrid-Proben hergestellt sind.

Die Abb. 2(a) bis 2(c) sind eine Reihe von Diagrammen, die Weibull-Kurven des Roll-Lebensdauer-Tests zeigen, der mit Kugeln, die aus gesinterten Siliciumnitrid-Proben, die nach den erfindungsgemäen Beispielen hergestellt wurden, durchgeführt wurde. Die Abb. 2(a), 2(b) und 2(c) sind Kurven für jeweils das Unterbeispiel 1, das Beispiel 4 und das Unterbeispiel 3.

Die Abb. 3(a) bis 3(c) sind eine Reihe von Diagrammen, die Weibull-Kurven des Roll-Lebensdauer-Tests zeigen, der mit Kugeln, die aus gesinterten Siliciumnitrid-Proben, die nach den Vergleichsbeispielen hergestellt wurden und die nicht vom Schutzzumfang der vorliegenden Erfindung erfat werden, durchgeführt wurde. Die Abb. 3(a) bis 3(c) Kurven für jeweils die Vergleichsbeispiele 1 bis 3 sind.

Die Abb. 4 zeigt schematisch eine Testvorrichtung, die zur Bestimmung der Lebensdauer flacher Scheiben verwendet wurde, die aus den gesinterten Siliciumnitrid-Proben nach den Beispielen der vorliegenden Erfindung und den korrespondierenden Vergleichsbeispielen hergestellt wurden.

Die Abb. 5(a) bis 5(c) sind eine Reihe von Diagrammen, die Weibull-Kurven des Roll-Lebensdauer-Tests zeigen, der vor und nach dem Eintauchen in Säure mit flachen Scheiben durchgeführt wurde, die aus gesinterten Siliciumnitrid-Proben nach den Beispielen der vorliegenden Erfindung hergestellt wurden. Die Abb. 5(a), 5(b) und 5(c) sind jeweils Kurven des Unterbeispiels 1, des Beispiels 9 und des Unterbeispiels 3 und o ist die Kurve vor dem Eintauchen in Säure und o die Kurve nach dem Eintauchen in Säure.

Die Abb. 6(a) bis 6(c) sind eine Reihe von Diagrammen, die Weibull-Kurven des Roll-Lebensdauer-Tests zeigen, der vor und nach dem Eintauchen in Säure mit flachen Scheiben durchgeführt wurde, die aus gesinterten Siliciumnitrid-Proben nach den Vergleichsbeispielen, die nicht vom Schutzzumfang der vorliegenden Erfindung umfat sind, hergestellt wurden. Die Abb. 6(a) bis 6(c) sind jeweils Kurven für die Vergleichsbeispiele 1 bis 3 und o bezeichnet die Kurve vor dem Eintauchen in Säure und o die Kurve nach dem Eintauchen in Säure.

Die Abb. 7 ist eine Stereo-Mikrophotographie, die mit ca. 2,0 X Vergrößerung von der Oberfläche der flachen Scheibe des Vergleichsbeispiels 1 aufgenommen wurde, nachdem diese gemäß einem Roll-Lebensdauer-Test in Säure eingetaucht worden war.

Die Abb. 8(a) und 8(b) sind eine Reihe von Abbildungen, die Rückstreuelektronenbilder, die von der Oberfläche der flachen Scheibe des Beispiels 4 reflektiert wurden, zeigen, wenn sie mit einem Rasterelektronenmikroskop bei einer Vergrößerung von ca. 1800 X sowohl vor als auch nach dem Eintauchen in Säure aufgenommen wurden. Die Abb. 8(a) ist das Bild vor dem Eintauchen in Säure und die Abb. 8(b) ist das Bild nach dem Eintauchen in Säure.

Die Abb. 9(a) und 9(b) sind eine Reihe von Abbildungen die von der Oberfläche der flachen Scheibe des Vergleichsbeispiels 2 reflektierte Rückstreuelektronenbilder zeigen, aufgenommen mit einem Rasterelektronenmikroskop mit einer Vergrößerung von ca. 1800 X, sowohl vor als auch nach dem Eintauchen in Säure. Die Abb. 9(a) ist das Bild vor dem Eintauchen in Säure und die Abb. 9(b) ist das Bild nach dem Eintauchen in Säure.

Genaue Beschreibung der Erfindung

Die Erfinder der vorliegenden Erfindung führten verschiedene Studien durch, um die Korrosionsbeständigkeit eines gesinterten Siliciumnitrid-Materials durch Verändern der dem Siliciumnitrid zugefügten Arten der Sinteradditive, der Kombinationen davon und der zugefügten Mengen zu verbessern. Als Ergebnis wurde festgestellt, daß zufriedenstellende Ergebnisse erhalten wurden, wenn Mg in einer Menge von 0,5 bis 4,0 Gew.-%, ausgedrückt als MgO , Zr in einer Menge von 0,3 bis 3,0 Gew.-%, ausgedrückt als ZrO_2 , und mindestens ein Element, ausgewählt aus Sr, Al und Seltenerdmetallen in einer Menge von 1,5 bis 5,0 Gew.-%, zusammen mit MgO und ZrO_2 und ausgedrückt als SrO , Al_2O_3 und ein Oxid des Seltenerdmetalls, enthalten war.

Die dem Siliciumnitrid zuzufügende Menge des MgO als Sinteradditiv ist bei der vorliegenden Erfindung aus den folgenden Gründen besonders begrenzt. Die in der vorliegenden Erfindung verwendeten Sinteradditive tragen zu dem Sinterverfahren wie folgt bei. Zunächst reagiert MgO mit SiO_2 auf der Oberfläche von Siliciumnitrid bei einer vergleichsweise niedrigen Temperatur, beispielsweise von etwa 1600°C, und während eine flüssige Grenzphase bildet, fördert es das Sintern. In diesem Fall wird der Stickstoff aufgrund des MgO und der anderen Sinteradditive, die anwesend sind, in der flüssigen Phase leicht löslich, was zur Bildung einer hoch-korrosionsbeständigen Glasphase auf der Basis von Oxynitrid führt. Diese Grundglasphase auf Oxynitrid-Basis verleiht außerdem dem gesinterten Siliciumnitrid-Material die Eigenschaft einer schlechten Benetzbarkeit mit geschmolzenen Metallen, wodurch das gesinterte Material sehr widerstandsfähig wird gegen Korrosion.

Die Zufügung von MgO ist daher auf den Bereich von 0,5 bis 4,0 Gew.-% begrenzt, denn unter 0,5 Gew.-% wird die wichtige Glasphase nur ungenügend gebildet. Über 4,0 Gew.-% ist die resultierende Glasphase so zusammengesetzt, daß sie nicht fähig ist, die nötige Korrosionsbeständigkeit zu erzielen; gleichzeitig hat MgO verglichen mit den anderen anwesenden Sinteradditiven einen so hohen Dampfdruck, daß die Mikrostruktur des gesinterten Materials aufgrund der Verdampfung von MgO stark inhomogen wird.

Aus dem folgenden Grund ist der ZrO₂-Gehalt begrenzt. Beträgt die Menge weniger als 0,3 Gew.-%, verschlechtern sich die Sinterereigenschaften. Beträgt die Menge mehr als 3,0 Gew.-%, tritt im Glasphasen-Zustand eine Kristallphase auf, die von einer Flecken erzeugenden Volumenänderung begleitet wird. Das heißt, daß man annimmt, daß diese Unregelmäßigkeit des Zustands eine Verkürzung der Roll-Lebensdauer bewirkt.

Die Gesamtmenge von MgO, ZrO₂ und des mindestens einen Sinteradditivs, das ausgewählt ist aus SrO, Al₂O₃ und Oxiden von Seltenerdmetallen, ist aus den folgenden Gründen auf den Bereich von 1,5 bis 5,0 Gew.-% begrenzt.

Wenn die Gesamtmenge der Sinteradditive weniger als 1,5 Gew.-% beträgt, neigen Poren dazu, im Inneren des resultierenden gesinterten Materials zu verbleiben, selbst wenn das Sintern durch Heißpressen oder HIP durchgeführt wird. Von den zurückbleibenden Poren in dem gesinterten Material gehen entweder Risse aus oder der Elastizitätsmodul des gesinterten Materials wird dadurch niedriger, wodurch seine mechanische Festigkeit verringert wird. Das gesinterte Material wird somit unbrauchbar zur Verwendung als Lager-Material. Wenn die Gesamtmenge der Sinteradditive 5,0 Gew.-% übersteigt, wird der Anteil der Glasphase in dem gesinterten Material so hoch, daß nicht nur die Festigkeit bei hohen Temperaturen, sondern auch die Korrosionsbeständigkeit des gesinterten Materials abnimmt.

Beispiele der vorliegenden Erfindung werden nun beschrieben.

Das erfindungsgemäße Wälzlager kann durch das folgende Verfahren hergestellt werden. Zuerst wird ein Siliciumnitrid-Pulver mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von nicht mehr als 1 µm bereitgestellt. Diesem Pulver werden 0,5 bis 4,0 Gew.-% MgO, 0,3 bis 3,0 Gew.-% ZrO₂ und mindestens ein anderes Sinteradditiv, ausgewählt aus SrO, Al₂O₃ und Seltenerdmetalloxiden in einer Menge von 1,5 bis 5,0 Gew.-%, mit MgO und ZrO₂ zusammengekommen, zugefügt. Die Bestandteile werden gründlich gemischt und das resultierende Gemisch wird durch ein geeignetes Verfahren, wie Pressen in einer Form, in die gewünschte Form gebracht.

Anschließend wird das geformte Teil in ein Pulver eines Glases, wie Borosilicatglas, eingetaucht und durch HIP in Gegenwart eines inerten Gases, wie Stickstoffgas, bei einer Temperatur von 1600 bis 1900°C und unter einem Druck von 50 bis 2000 Atmosphären gesintert, wobei das geformte Teil von dem Glas eingeschlossen ist. Alternativ hierzu wird das geformte Teil durch Heißpressen (im Nachfolgenden "HP" abgekürzt) in Gegenwart eines inerten Gases, wie Stickstoffgas, bei einer Temperatur von 1600 bis 1900°C unter Druck von 50 bis 1000 kg/cm² gesintert.

In den Beispielen 4, 5 und 7 bis 9 hatten die Sinteradditive für Siliciumnitrid Zusammensetzungen, die in dem durch die vorliegende Erfindung angegebenen Bereich liegen. Dies war jedoch nicht unbedingt bei den Unterbeispielen 1 bis 3 und 6 und den Vergleichsbeispielen 1 bis 6 der Fall. Für die gesinterten Proben von diesen Beispielen und Vergleichsbeispielen wurden Teststücke hergestellt und sie wurden verschiedenen Tests unterzogen. Die Teststücke wurden gemäß dem folgenden Verfahren hergestellt.

Einem Siliciumnitrid-Pulver mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von nicht mehr als 1 µm wurden Pulver verschiedener Sinteradditive zugefügt, um die in Tabelle 1 gezeigten Zusammensetzungen zu ergeben, und die Bestandteile wurden gründlich gemischt. Anschließend wurden die Gemische in eine Form gepreßt, um Kugeln mit einem Durchmesser von 0,95 cm (3/8 Inches), flache Scheiben mit einem Durchmesser von 60 mm und einer Dicke von 6 mm und Stücke für den in JIS R-1601 spezifizierten Biegeversuch herzustellen. Die geformten Teile wurden entweder durch HP (in Beispiel 3) oder durch HIP mit Einschluß in das Glas (in den anderen Beispielen und Vergleichsbeispielen 1 bis 6) gesintert, um die Teststücke aus dem gesinterten Siliciumnitrid-Material herzustellen.

Die so hergestellten Teststücke wurden in Bezug auf die Teilchengröße der Siliciumnitrid-Kristalle nach dem Sintern durch Untersuchung unter einem Raster-Elektronenmikroskop bewertet. Gleichzeitig wurden die Vickers-Härte (Hv), die Biegefestigkeit bei Raumtemperatur (R.T.) und 1073 K, die Bruchfestigkeit (K_{IC}) und die Bruchlast bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt. Der Begriff "fein", der bei der Beschreibung der Werte für die Bestimmung der Kristall-Korngröße verwendet wird, bedeutet "fein-körnig".

Tabelle 1

Parameter	Unterbsp. 1	Unterbsp. 2	Unterbsp. 3	Beispiel 4	Beispiel 5	Unterbsp. 6	Beispiel 7	Beispiel 8	Beispiel 9
Sinter-Additiv-Zusammensetzung (Gew.-%)	MgO 0,5 SrO 0,2 CeO ₂ 1,0 Tot. 1,7 HIP fein, gleichmäßig 1750	MgO 2,0 SrO 1,0 CeO ₂ 2,0 Tot. 5,0 HIP mäßig, gleichmäßig 1650	MgO 2,0 SrO 1,0 CeO ₂ 2,0 Tot. 5,0 HIP mäßig, gleichmäßig 1650	MgO 2,0 SrO 0,5 CeO ₂ 2,0 ZrO ₂ 0,5 Tot. 5,0 HIP mäßig, gleichmäßig 1650	MgO 2,0 Y ₂ O ₃ 1,5 ZrO ₂ 0,5 Tot. 4,0 HIP mäßig, gleichmäßig 1650	MgO 2,0 Al ₂ O ₃ 1,5 Tot. 3,0 HIP mäßig, gleichmäßig 1700	MgO 1,0 SrO 0,5 CeO ₂ 1,5 ZrO ₂ 1,0 Al ₂ O ₃ 1,0 Tot. 5,0 HIP mäßig, gleichmäßig 1650	MgO 2,0 ZrO ₂ 0,5 Al ₂ O ₃ 1,0 Tot. 3,5 HIP mäßig, gleichmäßig 1700	MgO 0,5 SrO 0,2 CeO ₂ 1,0 ZrO ₂ 0,3 Tot. 2,0 HIP fein, gleichmäßig 1750
Sinterverfahren									
Kristallkorngröße									
Härte (Hv)									
Biegefestigkeit (MPa)									
R.T.	980	1080	1100	1150	1000	950	1060	960	990
1073 K	850	850	880	950	800	770	860	780	860
KIC (MPa · m ^{1/2})	6,3	6,5	6,5	6,5	6,5	6,8	6,4	6,3	6,3
Bruchlast (kN)	21	24	24	25	24	22	23	22	21
L _{10R} /L _{10T}	3,9	4,5	3,8	>8,0	>8,0	4,2	>8,0	>8,0	>8,0

Tabelle 1 (Fortsetzung)

Vergleichsbeispiele						
	1	2	3	4	5	6
Parameter						
Sinter-Additiv-Zusammensetzung (Gew.-%)	Y ₂ O ₃ 5,0 Al ₂ O ₃ 2,0 Tot. 7,0 HIP grob 1600	Y ₂ O ₃ 5,0 Al ₂ O ₃ 4,0 TiO ₂ 1,0 Tot. 10,0 HIP grob 1650	MgO 5,0 Al ₂ O ₃ 4,0 Tot. 9,0 HIP grob 1580	MgO 3,0 SrO 1,0 CeO ₂ 3,5 Tot. 7,5 HIP mäßig, gleichmäßig 1630	Y ₂ O ₃ 3,0 Al ₂ O ₃ 2,0 Tot. 5,0 HIP mäßig, gleichmäßig 1600	MgO 0,4 SrO 0,2 CeO ₂ 0,4 Tot. 1,0 HIP fein, gleichmäßig 1500
Sinterverfahren						
Kristallkorngröße						
Härte (Hv)						
Biegefestigkeit (MPa)						
R.T.	900	1030	880	1200	850	750
1073 K	850	820	650	980	780	550
KIC (MPa · m ^{1/2})	6,5	6,0	5,8	6,8	6,0	5,0
Bruchlast (kN)	24	20	18	26	20	15
L ₁₀₀ /L ₁₀₇	1,7	0,56	0,07	1,6	1,2	0,34

Wie man aus Tabelle 1 sieht, waren die Ergebnisse für jeden getesteten Parameter besser für die Unterbeispiele 1 bis 3 und 6 für die Beispiele 4, 5 und 7 bis 9 als für alle Vergleichsbeispiele, ausgenommen Vergleichsbeispiel 4 (L_{10R}/L_{10T} ist niedrig), was anzeigt, daß das erfindungsgemäße, gesinterte Siliciumnitrid-Material eine überragende mechanische Festigkeit besitzt.

Von den Teststücken wurden die Kugeln einem Roll-Lebensdauertest mit einer Testvorrichtung von dem in Abb. 1 dargestellten Typ auf folgende Weise ausgesetzt. Die Kugeln aus gesinterten Siliciumnitridproben wurden als Rollenelemente 1a verwendet, die zwischen einem inneren und einem äußeren Laufring jeweils aus SUJ 2 angeordnet wurden, um so ein Radialwälzlager 1 zu konstruieren. Das Lager 1 wurde teilweise in ein mit FBK-01 RO-68 gefülltes Ölbad 2 eingetaucht und eine Welle 3, die durch den inneren Laufring geschoben wurde, wurde auf der Testvorrichtung angebracht während sie durch das Lager 4 unterstützt wurde, wie in Abb. 1(b) dargestellt. Mit einer in Richtung A angeordneten Last, wie in Abb. 1(a) gezeigt, wurde eine radiale Last von 3,8 kN auf das Wälzlager 1 ausgeübt, während die Welle mit einer Geschwindigkeit von 3000 rpm rotierte.

Auf der Grundlage der Ergebnisse dieses Tests wurde die L_{10} -Lebensdauer jeder Kugel als ein L_{10R} -Wert gemäß der Weibull-Theorie berechnet und das Verhältnis des L_{10R} -Wertes zu dem L_{10T} -Wert, das der von den Testbedingungen bestimmte theoretische Wert ist (L_{10T} war in dem diskutierten Fall 263 h) wurde für jede Kugel berechnet. Die Ergebnisse dieser Berechnung sind auch in Tabelle 1 aufgezeigt. Weibull-Kurven für das Unterbeispiele 1, Beispiel 4 und Unterbeispiel 3 sind in den Abb. 2(a), 2(b) und 2(c) dargestellt und die für die Vergleichsbeispiele 1 bis 3 sind in den Abb. 3(a) bis 3(c) gezeigt.

Wie Tabelle 1 zeigt, waren die Werte von L_{10R}/L_{10T} etwa 8,0 oder mehr in den Beispielen 4, 5, 7 bis 9 der vorliegenden Erfindung, aber 1,0 oder weniger in den Vergleichsbeispielen 1 bis 6. Anders ausgedrückt war die Lebensdauer des Wälzlagers in allen erfindungsgemäßen Beispielen mindestens etwa achtmal so lang wie der theoretische Wert. Die Lebensdauer in den Unterbeispielen folgte der der erfindungsgemäßen Beispiele. In manchen Vergleichsbeispielen war die Lebensdauer jedoch kürzer als der theoretische Wert. Es wurde klar, daß das Wälzlager der vorliegenden Erfindung bessere Lebensdauereigenschaften besaß.

Es wurde auch ein Experiment durchgeführt, um die Korrosionsbeständigkeit des gesinterten Siliciumnitrid-Materials der vorliegenden Erfindung zu beurteilen, und in diesem Experiment wurden die hergestellten flachen Scheiben als Teststücke verwendet. Um ihre Benetzbarkeit mit geschmolzenem Metall zu bestimmen, wurden die flachen Scheiben 160 h lang in ein mit einem geschmolzenen Metall (Zn) gefülltes Beschichtungsbad bei einer Temperatur von 480°C getaucht und danach wurde der Zustand der Oberfläche jeder Scheibe visuell untersucht. Um die Korrosionsbeständigkeit der flachen Scheiben zu bestimmen, wurde das Gewicht jeder Scheibe gemessen, bevor sie 100 h lang in 10 Gew.-% HCl bei 90°C eingetaucht wurde und danach wurde das Gewicht jeder Scheibe noch einmal gemessen, um den Gewichtsverlust pro Flächeneinheit zu ermitteln. Um die Alkalibeständigkeit zu bestimmen, wurde jede der flachen Scheiben 100 h lang in eine 20 Gew.-% wäßrige Natriumhydroxidlösung bei 80°C eingetaucht und danach wurde der Zustand der Oberfläche jeder Scheibe untersucht. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in der nachstehenden Tabelle 2 zusammengefaßt.

Tabelle 2

	Benetzbarkeit mit geschmolzenem Metall	Korrosionsbeständigkeit (mg/mm ²)	Alkalibeständigkeit
Unterbsp. 1 bis 3 und 6 und Bsp. 4, 5 und 7 bis 9	○ (schlecht benetzbar und schwer zur Reaktion zu bringen)	○ (wenig Änderung) 0,00	○ (wenig Änderung)
Vergleichsbeispiel 1	△ (etwas benetzbar, zur Reaktion führend)	× (gefleckt) 0,03	△ (gefleckt)
Vergleichsbeispiel 2	△ (etwas benetzbar, zur Reaktion führend)	× (gefleckt) 0,08	△ (gefleckt)
Vergleichsbeispiel 3	△ (etwas benetzbar, zur Reaktion führend)	○ (wenig Änderung) 0,01	○ (wenig Änderung)
Vergleichsbeispiel 4	△ (etwas benetzbar, zur Reaktion führend)	× (entfärbt) 0,03	△ (entfärbt)
Vergleichsbeispiel 5	△ (etwas benetzbar, zur Reaktion führend)	× (gefleckt) 0,02	△ (gefleckt)
Vergleichsbeispiel 6	△ (etwas benetzbar, zur Reaktion führend)	× (entfärbt) 0,01	△ (entfärbt)

Wie aus Tabelle 2 hervorgeht, hatten die gemäß den Beispielen 4, 5 und 7 bis 9 und den Unterbeispielen 1 bis 3 und 6 hergestellten flachen Scheiben eine so schlechte Benetzbarkeit mit geschmolzenem Metall, daß sie damit

nicht gut reagierten. Daher ist das Wälzlager der vorliegenden Erfindung selbst bei Anwendungen nützlich, bei denen es Rotationsteile in einem Metallschmelzen-Plattierungsbad oder Elektroplattierungsbad unterstützt. Es ist außerdem vorteilhaft, daß weder durch das Eintauchen in Säure ein Gewichtsverlust stattfindet, noch die Oberfläche durch Alkali angegriffen wird. Im Gegensatz dazu wiesen die gemäß den Vergleichsbeispielen 1 bis 6 hergestellten flachen Scheiben einige Benetzbarkeit mit dem geschmolzenen Metall auf und sie reagierten damit. Außer in Vergleichsbeispiel 3 (L_{10R}/L_{10T} ist niedrig) besaßen alle Vergleichs-Scheiben eine schlechte Korrosions- und Alkalibeständigkeit.

Die flachen Scheiben wurden auch einem Roll-Lebensdauertest mit einer Testvorrichtung von dem in Abb. 4 gezeigten Typ unter zwei verschiedenen Bedingungen ausgesetzt. In einem Fall wurden die Scheiben so wie sie waren verwendet und in dem anderen Fall wurden sie 100 h lang in 10 Gew.-% HCl bei 90°C eingetaucht. Auf diese Weise wurde die Lebensdauer jeder flachen Scheibe durch Vergleichen des L_{10} -Wertes nach dem Eintauchen in Säure mit dem Wert vor dem Eintauchen in Säure bestimmt.

In dem Test wurde die flache Scheibe 5, die einem äußeren Laufring entspricht, in einem Ölbad 2, das mit FBK-01 RO-68 gefüllt war, befestigt. Dann wurde eine Welle 3, die an einem inneren Laufring 11b befestigt war, so rotiert, daß die Rollenelemente 11a (6 Kugeln) aus gesintertem Siliciumnitrid-Material, befestigt in einem Stellring 11c, auf der Oberfläche der flachen Scheibe 5 rotierten. Die Rotation wurde bei 1000 rpm mit einer in Richtung B, wie in Abb. 4 gezeigt, angelegten Last durchgeführt, wodurch eine axiale Last von 5,2 kN auf die flache Scheibe 5 wirkte.

Die L_{10} -Lebensdauer (in Umdrehungen) jeder flachen Scheibe, gemessen vor und nach dem Eintauchen in Säure, und auch die relative Verkürzung der Lebensdauer aufgrund des Eintauchens in Säure sind in Tabelle 3 dargestellt. Weibull-Kurven für das Unterbeispiel 1, Beispiel 9 und Unterbeispiel 3 sind in den Abb. 5(a), 5(b) und 5(c) dargestellt und diejenigen für die Vergleichsbeispiele 1 bis 3 sind in den Abb. 6(a) bis 6(c) gezeigt. In jedem Diagramm bezeichnet o eine Kurve vor dem Eintauchen in Säure und o eine Kurve nach dem Eintauchen in Säure.

Tabelle 3

	L_{10} vor dem Eintauchen in Säure (in Umdrehungen)	L_{10} nach dem Eintauchen in Säure (in Umdrehungen)	Relative Verkürzung der Lebensdauer
Unterbsp. 1	$6,7 \times 10^7$	$6,5 \times 10^7$	keine Verkürzung
Unterbsp. 2	$8,0 \times 10^7$	$8,0 \times 10^7$	keine Verkürzung
Unterbsp. 3	$7,2 \times 10^7$	$7,0 \times 10^7$	keine Verkürzung
Bsp. 4	$5,5 \times 10^7$	$7,0 \times 10^7$	keine Verkürzung
Bsp. 5	$9,2 \times 10^7$	$8,2 \times 10^7$	keine Verkürzung
Unterbsp. 6	$8,4 \times 10^7$	$8,1 \times 10^7$	keine Verkürzung
Bsp. 7	$> 1,0 \times 10^8$	ca. $1,0 \times 10^8$	keine Verkürzung
Bsp. 8	$> 1,0 \times 10^8$	ca. $1,0 \times 10^8$	keine Verkürzung
Bsp. 9	$> 1,0 \times 10^8$	ca. $1,0 \times 10^8$	keine Verkürzung
Vergleichs- beispiel 1	$6,1 \times 10^6$	$2,4 \times 10^3$	1/2500
Vergleichs- beispiel 2	$8,8 \times 10^5$	$6,3 \times 10^2$	1/1400
Vergleichs- beispiel 3	$5,3 \times 10^5$	$3,5 \times 10^5$	1/1,6
Vergleichs- beispiel 4	$5,7 \times 10^6$	$1,8 \times 10^4$	1/300
Vergleichs- beispiel 5	$7,5 \times 10^5$	$4,9 \times 10^3$	1/150
Vergleichs- beispiel 6	$6,1 \times 10^5$	$1,1 \times 10^5$	1/5,5

Wie aus Tabelle 3 hervorgeht, trat bei den flachen Scheiben, die gemäß den Beispielen 4, 5 und 7 bis 9 und den Unterbeispielen 1 bis 3 und 6 hergestellt wurden, keine bemerkenswerte Verkürzung der Lebensdauer aufgrund des Eintauchens in Säure auf. Ausgenommen den Fall der Vergleichsbeispiele 3 und 6 (L_{10R}/L_{10T} ist bei beiden niedrig) war die Lebensdauer aller Vergleichs-Scheiben jedoch durch das Eintauchen in Säure stark verkürzt, wie der Rückgang in den Bereich von 1/150 bis 1/2500 nach dem Eintauchen in Säure beweist. Man kann daher mit Sicherheit daraus schließen, daß bei Verwendung des Wälzlagers gemäß der vorliegenden Erfindung zur Unterstützung eines Rotationsteils in geschmolzenem Metall, seine Lebensdauer nicht durch das Reinigen mit Säure verkürzt wird, das jedesmal durchgeführt wird, wenn das Rotationsteil ausgewechselt wird.

Als ein Beispiel wurde die gemäß Vergleichsbeispiel 1 hergestellte flache Scheibe einem Roll-Lebensdauertest unter den bereits oben beschriebenen Bedingungen ausgesetzt und dann unter den auch vorstehend beschriebenen Bedingungen in Säure eingetaucht. Danach wurde durch Untersuchung mit einem Stereomikroskop bei einer Vergrößerung von ca. 2,0 X. ein Bild der Oberfläche der Scheibe aufgenommen (siehe Abb. 7). Vor dem Durchführen des Roll-Lebensdauertests wurde die Oberfläche der Scheibe an der Randzone a aufgeraut und

die innere Zone b wurde poliert. Die Abb. 7 zeigt, daß auf der Zone a aufgrund des Eintauchens in Säure viele Flecken auftraten. Als Ergebnis des Lebensdauertests hinterließen die laufenden Kugeln in der Zone b eine Spur c.

Die Änderung, die in der Mikrostruktur jeder flachen Scheibe als Folge des Eintauchens in Säure auftrat, wurde durch Untersuchung unter einem Raster-Elektronenmikroskop festgestellt. Zunächst wurde ein Bild der von der Oberfläche jeder flachen Scheibe reflektierten Elektronenstrahlen mit einer Vergrößerung von ca. 1800 X aufgenommen. Dann wurde jede flache Scheibe vorsichtig bei Raumtemperatur 24 h lang in 5 Gew.-% HCl eingetaucht. Dann wurde von der gleichen Oberflächenstelle jeder flachen Scheibe eine elektronenmikroskopische Aufnahme gemacht. Dieses Verfahren wurde mit einem Beispiel und einem Vergleichsbeispiel durchgeführt und die aufgenommenen Bilder sind in den Abb. 8 bzw. 9 gezeigt.

Die Abb. 8(a) ist ein Bild, das die Oberfläche der flachen Scheibe des Beispiels 4 vor dem Eintauchen in Säure zeigt und die Abb. 8(b) ist ein Bild, das die Oberfläche der gleichen Scheibe nach dem Eintauchen in Säure zeigt. Abb. 9(a) ist ein Bild, das die Oberfläche der flachen Scheibe des Vergleichsbeispiels 2 vor dem Eintauchen in Säure zeigt und Abb. 9(c) ist ein Bild, das die Oberfläche der gleichen Scheibe nach dem Eintauchen in Säure zeigt. Offensichtlich treten in Abb. 9(b), die die Oberfläche der flachen Scheibe des Vergleichsbeispiels 2 nach dem Eintauchen in Säure zeigt, dunkle Flecken auf. Diese Flecken sind Löcher, die als Folge der Korrosion mit der Säure gebildet wurden. Keine solchen Korrosionslöcher werden in Abb. 8(b), die die Oberfläche der flachen Scheibe des Beispiels 1 nach dem Eintauchen in Säure zeigt, festgestellt.

In einem anderen Test wurde die Vickers-Härte (Hv) jeder flachen Scheibe vor und nach dem Eintauchen in Säure gemessen. Zusätzlich wurde jede flache Scheibe mit einem Elektronensonden-Röntgenmikroanalysator zur Dispersion der Wellenlänge (EPMA) untersucht und die Mengen der Elemente, die den zugefügten Sinteradditiven entsprechen, wurden bestimmt, ausgedrückt als die Intensität der charakteristischen Röntgenstrahlen. Die Ergebnisse der Härtmessung und Element-Quantitätsbestimmung sind in Tabelle 4 gezeigt. Die Mengen der Sinteradditive nach dem Eintauchen in Säure sind als relative Werte ausgedrückt, wobei der Wert vor dem Eintauchen in Säure als eins angenommen wurde.

Tabelle 4

	Beispiel 4	Vergleichs- beispiel 2
Härte (Hv)		
vor dem Eintauchen in Säure	1750	1650
nach dem Eintauchen in Säure	1750	1500
Menge der Sinteradditive (in relativen Werten)		
vor dem Eintauchen in Säure	Sr = 1, Mg = 1, Ce = 1, Zr = 1	Al = 1, Y = 1
nach dem Eintauchen in Säure	Sr = 1, Mg = 1, Ce = 1, Zr = 1	Al = 0,8, Y = 0,2

Aus Tabelle 4 geht hervor, daß durch das Eintauchen in Säure der Hv-Wert der flachen Scheibe des Beispiels 4 der vorliegenden Erfindung nicht verändert wurde. Im Gegensatz dazu nahm die Härte der flachen Scheibe des Vergleichsbeispiels 2 von 1650 auf 1500 ab. Ähnlich nahmen die Mengen der Sinteradditive in der flachen Scheibe des Vergleichsbeispiels 2 durch Eintauchen in Säure ab, aber keine der Mengen der Sinteradditive in der flachen Scheibe des Beispiels 4 wurde verringert.

Die verschiedenen oben beschriebenen Testergebnisse zeigen, daß das erfindungsgemäße gesinterte Siliciumnitrid-Material alle Eigenschaften besitzt, die für ein Wälzlager-Material erforderlich sind. Daher kann die vorliegende Erfindung ein Wälzlager zur Verfügung stellen, das so schlecht mit geschmolzenem Metall benetzbar ist, daß es eine hohe Korrosionsbeständigkeit besitzt.

Das erfindungsgemäße Wälzlager ist dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eines von dem inneren Lauf-ring, dem äußeren Lauf-ring und den Rollenelementen, die die Bestandteile des Lagers sind, aus dem vorstehend beschriebenen gesinterten Siliciumnitrid-Material hergestellt ist. Daher umfaßt die vorliegende Erfindung natürlich auch Wälzlager, in denen der innere und der äußere Lauf-ring aus verschiedenen wärmebeständigen Materialien hergestellt sind, wie z. B. M50 und Inconel, und worin die Rollenelemente aus dem oben beschriebenen gesinterten Siliciumnitrid-Material sind, und sie umfaßt auch Wälzlager, in denen der innere und der äußere Lauf-ring aus verschiedenen korrosionsbeständigen Materialien hergestellt sind, wie beispielsweise aus rostfreiem Stahl, und die Rollenelemente aus dem beschriebenen gesinterten Siliciumnitrid-Material sind.

Wie auf den vorausgehenden Seiten beschrieben, umfaßt das erfindungsgemäße Wälzlager einen inneren Lauf-ring, einen äußeren Lauf-ring und Rollenelemente und es ist dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eines von dem inneren Lauf-ring, dem äußeren Lauf-ring und den Rollenelementen aus einem keramischen Material hergestellt ist, wobei das keramische Material ein gesintertes Siliciumnitrid-Material ist, das 0,5 bis 4,0 Gew.-% Mg, ausgedrückt als MgO, 0,3 bis 3,0 Gew.-% Zr, ausgedrückt als ZrO₂ und 1,5 bis 5,0 Gew.-% in Kombination mit MgO und ZrO₂, mindestens eines Elements, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Sr, Al und Seltenerdmetallen, ausgedrückt als SrO, Al₂O₃ und ein Oxid des Seltenerdmetalls, enthält und der Rest Siliciumnitrid ist. Verglichen mit Lagern, in denen andere Kombinationen von Elementen als die der vorliegenden Erfindung als

Sinteradditiv Siliciumnitrid zugefügt werden, und mit Lagern, denen Sinteradditive in anderen Mengen, die außerhalb der erfindungsgemäßen Bereiche liegen, zugefügt werden, hat das Wälzlager der vorliegenden Erfindung eine lange Lebensdauer, eine hohe mechanische Festigkeit bei erhöhten Temperaturen und eine hohe Korrosionsbeständigkeit.

- 5 Die Korrosionsbeständigkeit des Wälzlagers der Erfindung ist besonders wertvoll in Zusammenhang mit seiner Verwendung zur Unterstützung eines Rotationsteils in geschmolzenem Metall. Da das Lager schlecht mit geschmolzenem Metall benetzbar ist, muß es weniger häufig zur Entfernung von Ablagerungen geschmolzenen Metalls ausgewechselt werden, und gleichzeitig weist es einen hohen Grad an Korrosionsbeständigkeit auf, wodurch es beständig wird gegen das Reinigen mit Säure, das durchgeführt wird, wenn das Rotationsteil
10 ausgewechselt wird. Die vorliegende Erfindung stellt daher ein Wälzlager zur Verfügung, das eine besonders hohe Zuverlässigkeit bezüglich seiner Korrosionsbeständigkeit aufweist.

Patentansprüche

- 15 1. Wälzlager, das einen inneren Laufring, einen äußeren Laufring und Rollenelemente umfaßt, worin mindestens eines von dem inneren Laufring, dem äußeren Laufring und den Rollenelementen aus einem keramischen Material hergestellt ist, wobei das keramische Material ein gesintertes Siliciumnitrid-Material ist, das 0,5 bis 4,0 Gew.-% Mg, ausgedrückt als MgO, 0,3 bis 3,0 Gew.-% Zr, ausgedrückt als ZrO₂, und 1,5 bis
20 5,0 Gew.-%, in Kombination mit MgO und ZrO₂, mindestens eines Elements, ausgewählt aus Sr, Al und Seltenerdmetallen, ausgedrückt als SrO, Al₂O₃ und ein Oxid des Seltenerdmetalls, enthält und der Rest Siliciumnitrid ist.
2. Wälzlager nach Anspruch 1, worin das gesinterte Siliciumnitrid-Material 0,1 bis 3,0 Gew.-% Al, ausgedrückt als Al₂O₃, enthält.
3. Wälzlager nach Anspruch 1, worin das gesinterte Siliciumnitrid-Material 0,1 bis 2,0 Gew.-% Sr, ausgedrückt als SrO, und 0,5 bis 3,0 Gew.-% Ce, ausgedrückt als CeO₂, enthält.
25 4. Wälzlager nach Anspruch 2, worin das gesinterte Siliciumnitrid-Material 0,1 bis 2,0 Gew.-% Sr, ausgedrückt als SrO, und 0,5 bis 3,0 Gew.-% Ce, ausgedrückt als CeO₂, enthält.
5. Wälzlager nach Anspruch 1, worin die durchschnittliche Teilchengröße der Oxide, die in dem gesinterten Siliciumnitrid-Material verwendet werden, 1 µm oder weniger beträgt.
- 30 6. Wälzlager nach Anspruch 2, worin die durchschnittliche Teilchengröße der Oxide, die in dem gesinterten Siliciumnitrid-Material verwendet werden, 1 µm oder weniger beträgt.
7. Wälzlager nach Anspruch 3, worin die durchschnittliche Teilchengröße der Oxide, die in dem gesinterten Siliciumnitrid-Material verwendet werden, 1 µm oder weniger beträgt.
8. Wälzlager nach Anspruch 4, worin die durchschnittliche Teilchengröße der Oxide, die in dem gesinterten Siliciumnitrid-Material verwendet werden, 1 µm oder weniger beträgt.
35 9. Wälzlager nach Anspruch 1, worin das gesinterte Siliciumnitrid-Material nach einem Verfahren, ausgewählt aus Heißpressen und Isostatischpressen hergestellt wird.

Hierzu 9 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

Abb. 1 (a)

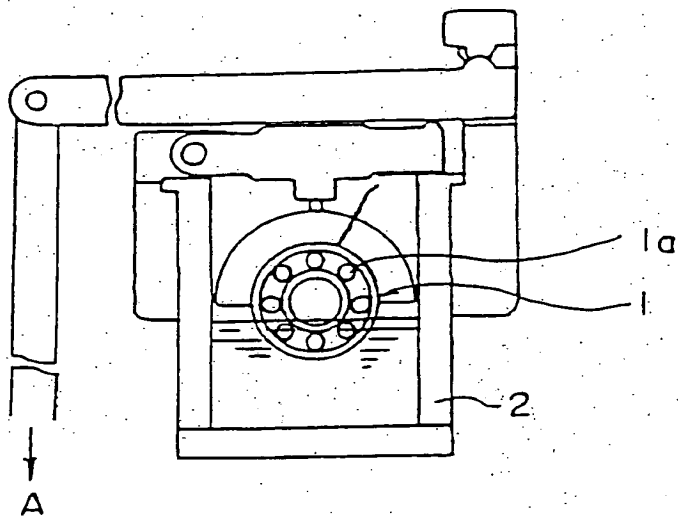


Abb. 1 (b)

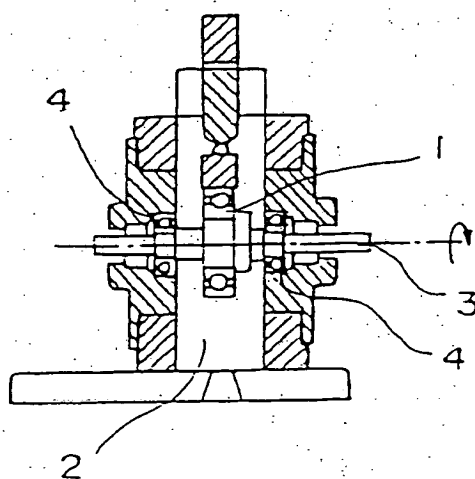


Abb. 2 (a)

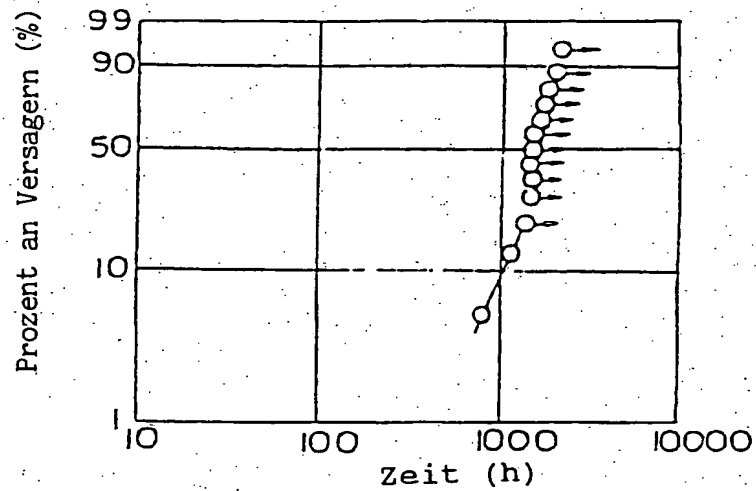


Abb. 2 (b)

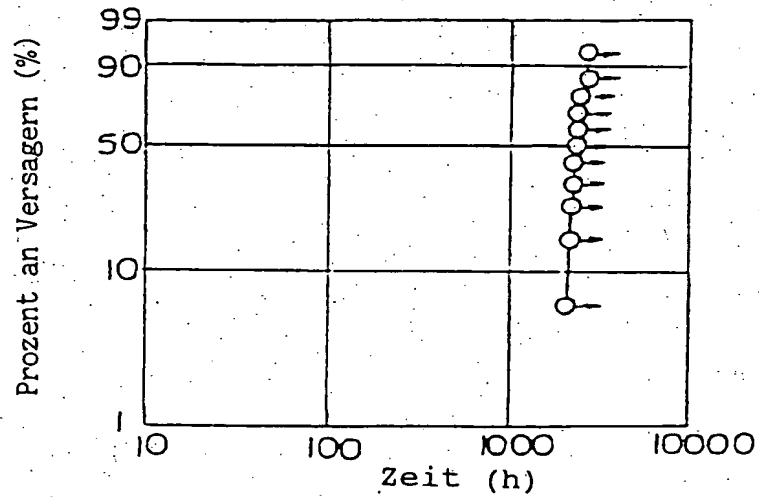


Abb. 2 (c)

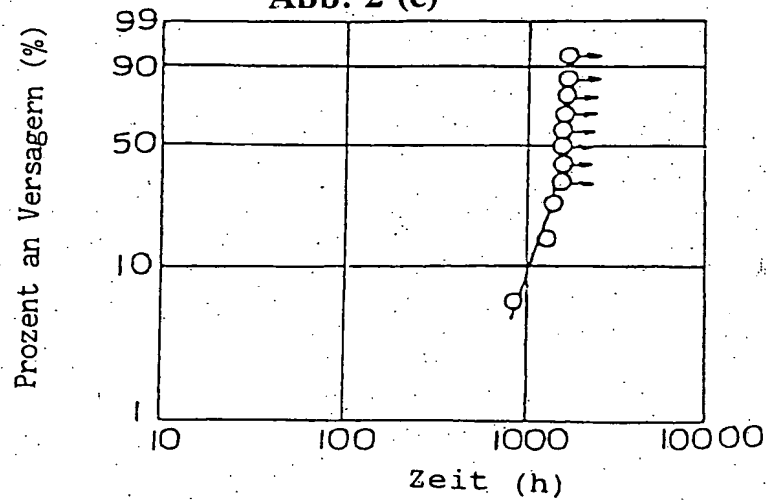


Abb. 3 (a)

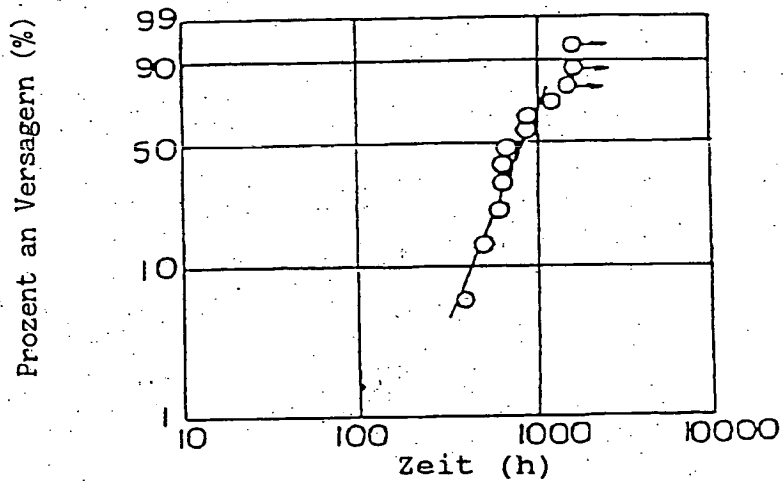


Abb. 3 (b)

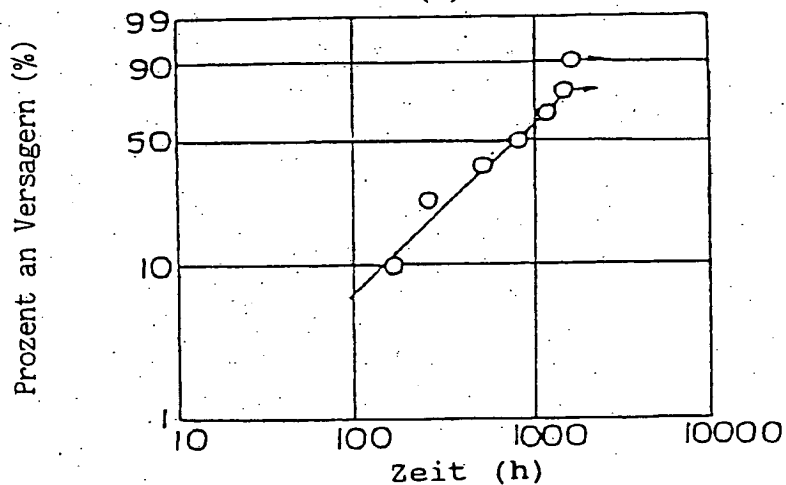
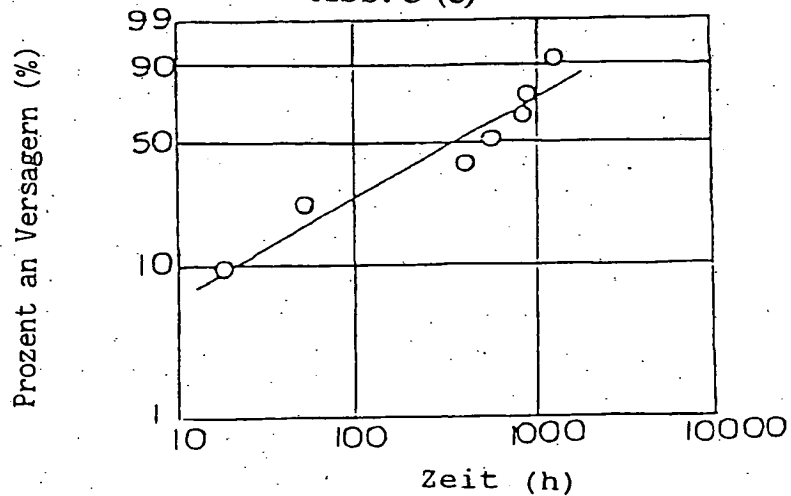


Abb. 3 (c)



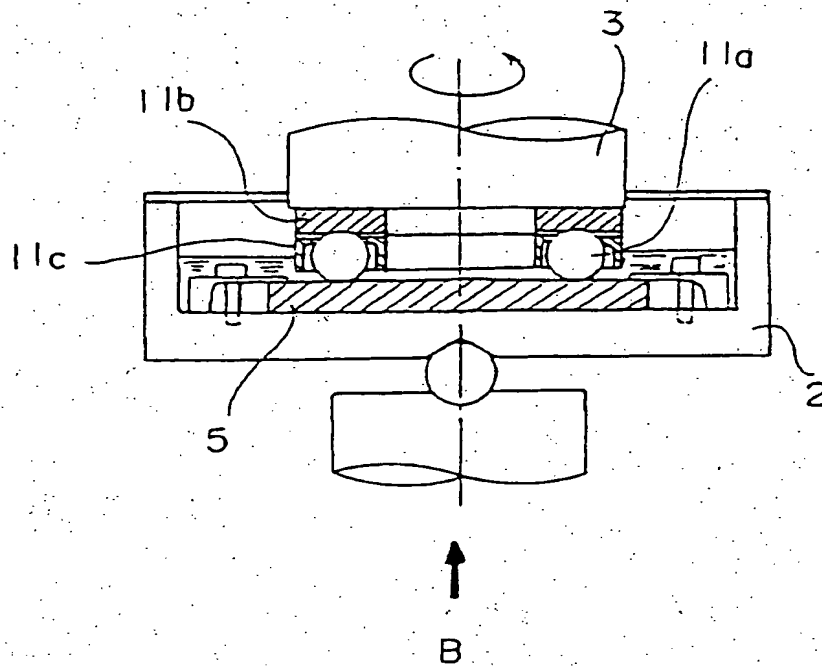


Abb. 4

Abb. 5 (a)

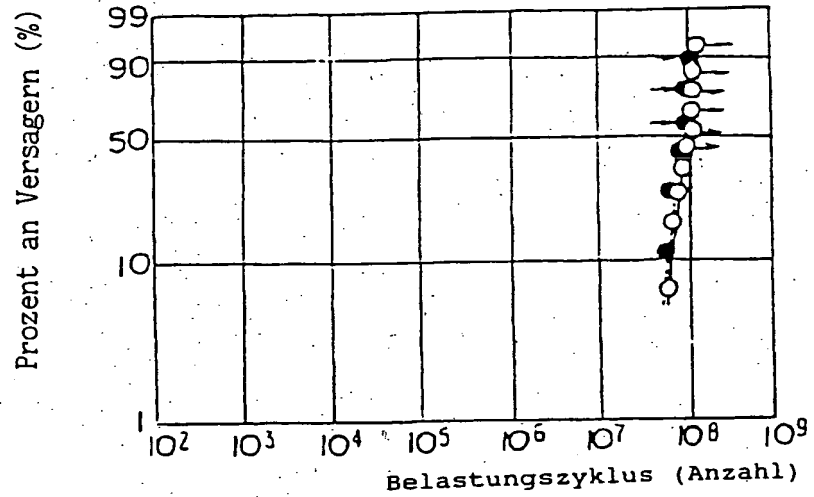


Abb. 5 (b)

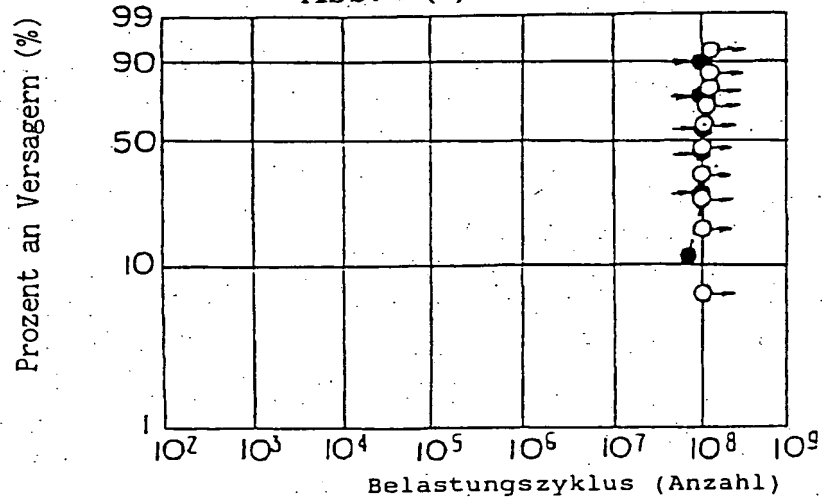


Abb. 5 (c)

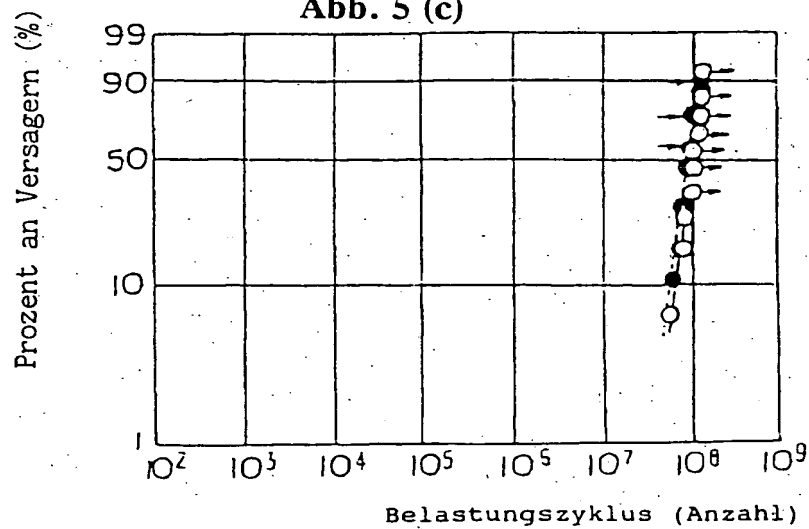


Abb. 6 (a)

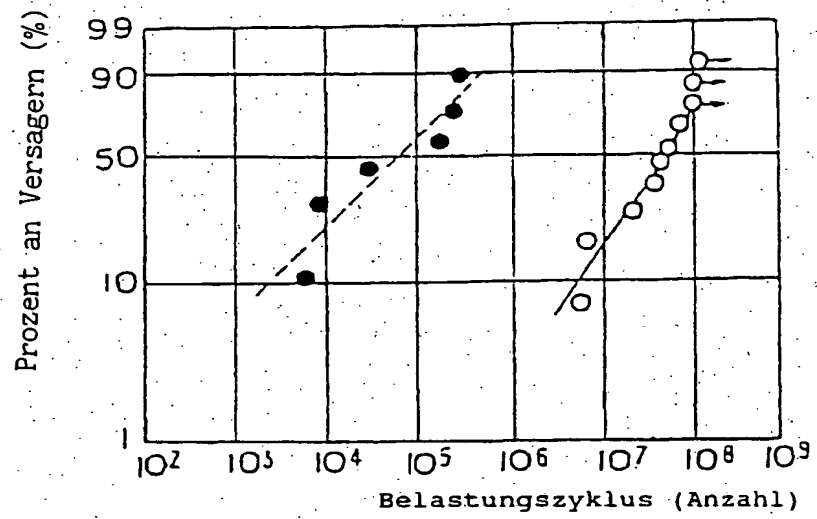


Abb. 6 (b)

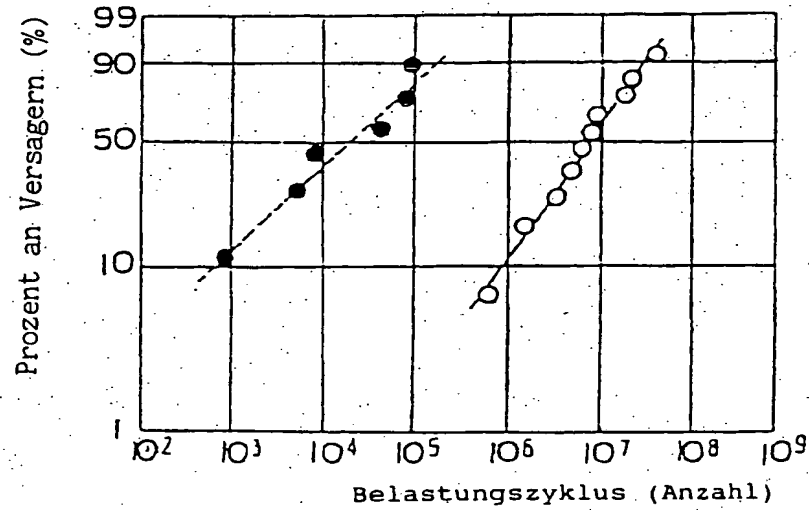


Abb. 6 (c)

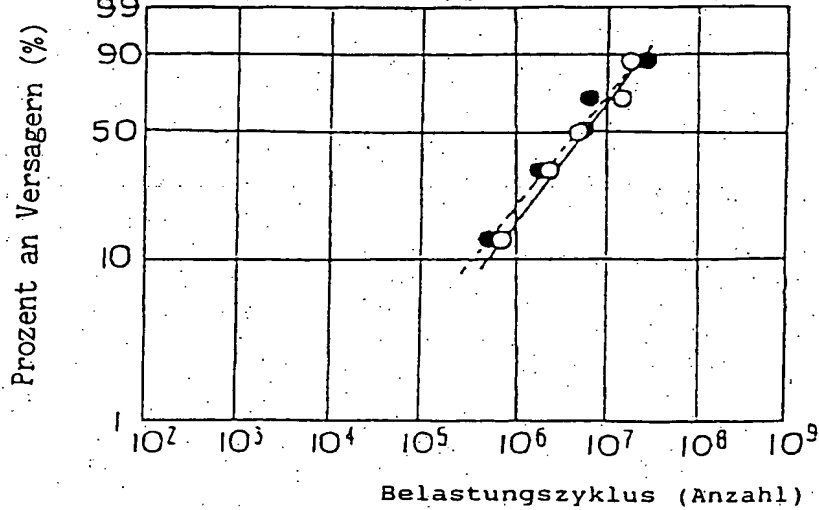




Abb. 7

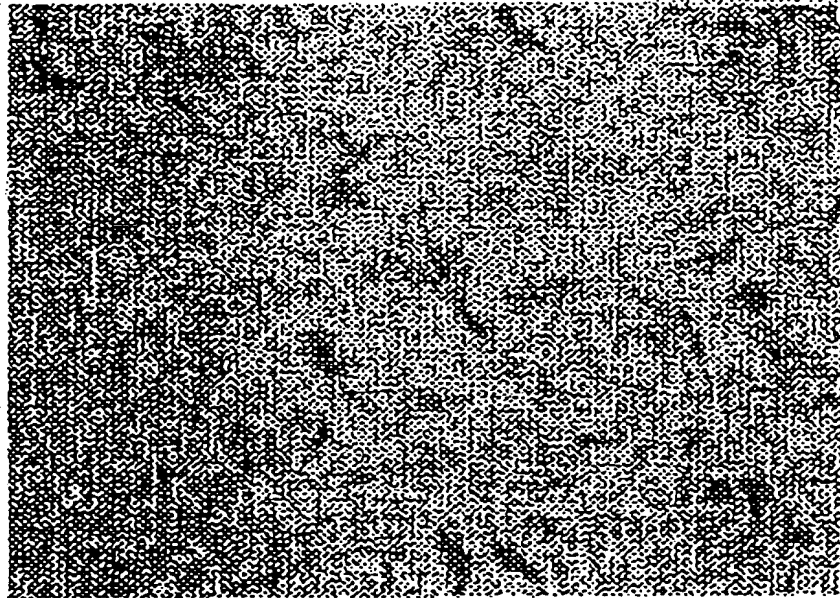


Abb. 8 (a)

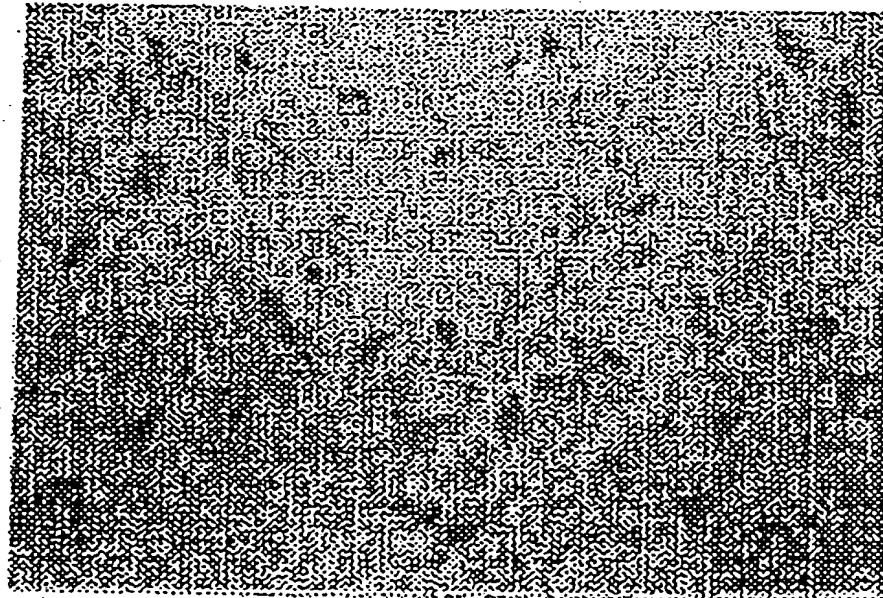


Abb. 8 (b)

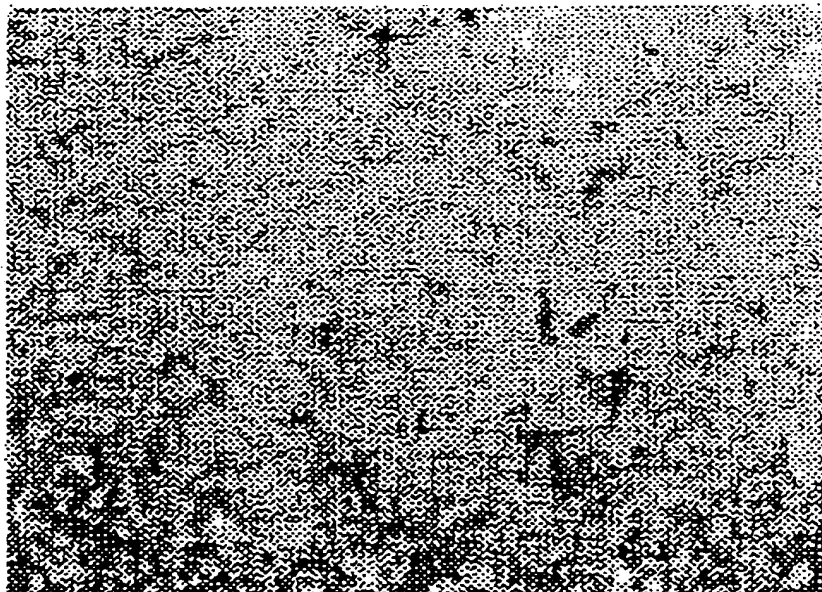


Abb. 9 (a)

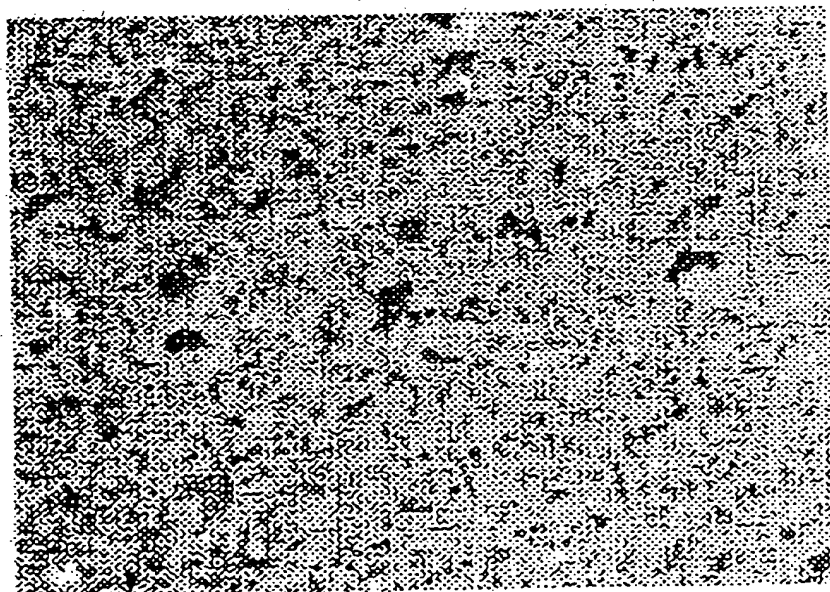


Abb. 9 (b)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☒ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)